

SÉRIE A, N° 1582

N° D'ORDRE :

2448

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Marc PRIVAULT

Agrégé de l'Université

1^{re} THÈSE. — RECHERCHES SUR LES RAIES D'ÉMISSION K DES
ÉLÉMENTS DU CHROME AU CUIVRE.

*Spectrographie; influence de l'état physique
ou magnétique du fer; influence de l'état
chimique.*

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 27 NOV 1935 devant la Commission d'examen

MM. MAUGUIN *Président.*

G. BRUHAT..... } *Examineurs.*

F. PERRIN }

PARIS

MASSON ET C^{ie}, ÉDITEURS

LIBRAIRES DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE

120, BOULEVARD SAINT-GERMAIN

1935

SÉRIE A, N° 1582

N° D'ORDRE :

2448

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Marc PRIVAULT

Agrégé de l'Université

1^{re} THÈSE. — RECHERCHES SUR LES RAIES D'ÉMISSION K DES
ÉLÉMENTS DU CHROME AU CUIVRE.

*Spectrographie ; influence de l'état physique
ou magnétique du fer ; influence de l'état
chimique.*

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le Novembre 1935 devant la Commission d'examen

MM. MAUGUIN *Président.*

G. BRUHAT..... }
F. PERRIN } *Examineurs.*

PARIS

MASSON ET C^{ie}, ÉDITEURS

LIBRAIRES DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE

120, BOULEVARD SAINT-GERMAIN

1935

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

MM.

Doyen honoraire..... M. MOLLIARD.
Doyen..... C. MAURAIN, Professeur, Physique du Globe.

Professeurs honoraires	{	H. LE CHATELIER.	LÉON BRILLOUIN.	AUGER.
		H. LEBESGUE.	GOURSAT.	BLAISE.
		A. FERNBACH.	WALLERANT.	DANGEARD.
		A. LEDUC.	GUILLET.	JANET.
		Émile PICARD.	PÉCHARD.	LESPIEAU.
		Rémy PERRIER.	FREUNDLER.	MARCHIS.

PROFESSEURS

G. BERTRAND.....	T Chimie biologique.	A. DUFOUR.....	T Physique. (P. C. B.).
M. CAULLERY.....	T Zoologie (Évolution des êtres organisés).	L. DUNOYER.....	Optique appliquée.
G. URBAIN.....	T Chimie générale.	A. GUILLIERMOND.	T Botanique (P. C. B.).
Émile BOREL.....	T Calcul des probabilités et Physique mathématique	M. JAVILLIER.....	Chimie biologique.
Jean PERRIN.....	T Chimie physique.	L. JOLEAUD.....	Paléontologie.
H. ABRAHAM.....	T Physique.	ROBERT-LÉVY.....	Zoologie.
E. CARTAN.....	T Géométrie supérieure.	F. PICARD.....	Zoologie (Évolution des êtres organisés).
M. MOLLIARD.....	T Physiologie végétale.	Henri VILLAT.....	T Mécanique des fluides et applications.
L. LAPICQUE.....	T Physiologie générale.	Ch. JACOB.....	T Géologie.
E. VESSIOT.....	T Mécanique analytique et Mécanique céleste.	P. PASCAL.....	T Chimie minérale.
A. COTTON.....	T Recherches physiques.	M. FRÉCHET.....	T Calcul des Probabilités et Physique mathématique.
J. DRACH.....	T Analyse supérieure et Algèbre supérieure.	E. ESCLANGON.....	T Astronomie.
Charles FABRY.....	T Physique.	M ^{me} RAMART-LUCAS	T Chimie organique.
Charles PÉREZ.....	T Zoologie.	H. BÉGHIN.....	T Mécanique physique et expérimentale.
Léon BERTRAND..	T Géologie structurale et géologie appliquée.	FOCH.....	Mécanique expérimentale des fluides.
P. PORTIER.....	T Physiologie comparée.	PAUTHENIER.....	Physique (P. C. B.).
E. RABAUD.....	T Biologie expérimentale.	De BROGLIE.....	T Théories physiques.
M. GUICHARD.....	Chimie minérale.	CHRÉTIEN.....	Optique appliquée.
Paul MONTEL.....	T Théorie des fonctions et Théorie des transformations.	P. JOB.....	Chimie générale.
P. WINTREBERT..	T Anatomie et histologie comparées.	LABROUSTE.....	Physique du Globe.
L. BLARINGHEM..	T Botanique.	PRENANT.....	Zoologie.
O. DUBOSQ.....	T Biologie maritime.	VILLEY.....	Mécanique physique et expérimentale.
G. JULIA.....	T Application de l'analyse à la Géométrie.	BOHN.....	Zoologie (P. C. B.).
C. MAUGUIN.....	T Minéralogie.	COMBES.....	Botanique.
A. MICHEL-LÉVY.	Pétrographie.	GARNIER.....	Calcul différentiel.
H. BÉNARD.....	T Mécanique expérimentale des fluides.	PÈRES.....	Mécanique des fluides.
A. DENJOY.....	T Calcul différentiel et calcul intégral.	HACKSPILL.....	Chimie (P. C. B.).
L. LUTAUD.....	T Géographie physique et géologie dynamique.	LAUGIER.....	Physiologie générale.
Eugène BLOCH....	T Physique théorique et physique céleste.	TOUSSAINT.....	Technique Aéronautique.
G. BRUHAT.....	Physique.	M. CURIE.....	Physique (P. C. B.).
E. DARMOIS.....	Physique.	G. RIBAUD.....	T Hautes températures.
A. DEBIERNE.....	T Radioactivité.	CHAZY.....	T Mécanique rationnelle.
		G. GAULT.....	Chimie (P. C. B.).
		CROZE.....	Physique.
		DUPONT.....	T Théories chimiques.
		LANQUINE.....	Géologie.
		VALIRON.....	Mathématiques.

Secrétaire..... A. PACAUD.
Secrétaire honoraire..... D. TOMBECK.



A MESSIEURS

H. ABRAHAM, E. BLOCH ET G. BRUHAT
Professeurs à la Sorbonne

Hommage respectueux.

A MONSIEUR FRANCIS PERRIN
Professeur à la Sorbonne

Hommage reconnaissant.

RECHERCHES SUR LES RAIES D'ÉMISSION K DES ÉLÉMENTS DU CHROME AU CUIVRE

SPECTROGRAPHIE INFLUENCE DE L'ÉTAT PHYSIQUE OU MAGNÉTIQUE DU FER INFLUENCE DE L'ÉTAT CHIMIQUE

Par M. MARC PRIVAULT
Agrégré de l'Université

INTRODUCTION

Il est généralement admis que les propriétés ferromagnétiques des métaux du groupe du fer proviennent des couches incomplètes M_{IV} et M_V .

Dans la plupart des théories actuelles, on considère les moments magnétiques des atomes comme invariables, et l'on explique les modalités d'aimantation des métaux ferromagnétiques par l'orientation de ces atomes sous l'action d'un champ extérieur. Cependant, ces théories n'excluent pas la possibilité d'une modification intra-atomique pendant le phénomène d'aimantation.

D'autre part, le fait pour un atome d'entrer dans une combinaison chimique, qui s'accompagne généralement de la perte de ses propriétés magnétiques, s'accompagne également d'une modification considérable des niveaux M_{IV} et M_V , ainsi qu'en témoignent l'analyse du rayonnement X émis par ces atomes à l'état de combinaison.

J'ai voulu rechercher si l'aimantation du fer, ainsi que le

passage du fer de l'état ferromagnétique à l'état paramagnétique, au-dessus du point de Curie, ne s'accompagnaient pas d'une modification analogue des niveaux M_{IV} et M_V . Je me suis adressé aux raies d'émission $K\beta$ du fer, et particulièrement à la raie $K\beta_5$, qui provient de ces niveaux.

L'étude de ces raies est difficile pour les raisons suivantes :

Il est, d'une part, nécessaire d'obtenir un rayonnement émis par une anticathode qui demeure aussi éloignée que possible du point de Curie. Ceci oblige à n'employer dans le tube qu'une puissance très réduite, et à utiliser des spectrographes offrant à la fois une grande sensibilité au rayonnement X, dans les environs de 2 angströms, et un pouvoir séparateur considérable.

D'autre part, le fer, s'il s'aimante avec facilité à l'intérieur d'une longue tige, s'aimante très difficilement *en surface*, et j'ai dû, pour obtenir une aimantation suffisante de mes anticathodes, utiliser des tubes d'une forme très spéciale.

L'exposé de ce travail est divisé en quatre parties :

1^o Dans une première partie, j'étudie les divers spectrographes que j'ai utilisés au point de vue sensibilité au rayonnement et pouvoir séparateur. Cette étude porte sur : un spectrographe à deux cristaux, du type décrit par Du Mond et Hoyt (¹), deux spectrographes à cristal tournant de 20 et 40 cm., et deux spectrographes à mica courbé du type établi par Mlle Y. Cauchois (²). Ces spectrographes m'ont permis de déceler trois raies nouvelles dans le spectre $K\beta$ des éléments allant du chrome au cuivre.

2^o Dans une seconde partie, je décris les divers tubes qui m'ont permis d'obtenir un rayonnement X à partir d'anticathodes de fer aimantées presque à saturation. Aucune modification du rayonnement n'a pu être observée.

(1) J. DU MOND et A. HOYT, *Phys. Rev.*, **36** (1930), p. 1702.

(2) Mlle Y. CAUCHOIS, *Jour. de Phys.*, **5** (1932), p. 320.

3° Dans la troisième partie, je décris les appareils qui m'ont permis d'analyser le rayonnement du fer au-dessus du point de Curie et du point de transformation du fer α en fer γ . Ici encore, je n'ai pu déceler aucun changement du rayonnement d'émission.

4° Enfin, dans une dernière partie, j'indique les expériences par lesquelles je me suis efforcé de retrouver et d'étendre les résultats de S. Yoshida ⁽¹⁾, en utilisant une technique différente, qui permet d'obtenir des spectres de fluorescence des composés des métaux du groupe du fer, en utilisant, au lieu d'un spectrographe à fente dans le vide, un spectrographe Cauchois séparé du tube.

(1) S. YOSHIDA, *Tokyo Sc. Pap.*, 20 (1933), p. 298.

PREMIÈRE PARTIE

Étude de divers spectrographes à rayons X dans la région de 2 Å.

Aspect des raies $K\beta$ des éléments de 24 Cr à 29 Cu.

1. Spectrographe à deux cristaux et à chambre d'ionisation.

— Les spectrographes à deux cristaux offrent deux avantages :

1° Ils utilisent presque totalement le pouvoir séparateur des cristaux employés, si l'on a la possibilité de mesurer l'angle des deux cristaux avec une précision mécanique suffisante ;

2° Ils donnent la forme exacte des raies, sans qu'il soit nécessaire de faire d'autre correction, que celle due au pouvoir séparateur des cristaux employés.

a) *Description du spectrographe.* — Le spectrographe que je fis construire est une reproduction de celui décrit par Jesse Du Mond et Archer Hoyt (¹), qui unit, à une grande simplicité de construction, une grande précision dans la détermination des angles dont on fait tourner les cristaux. Il utilise, en effet, pour mesurer ces angles, au lieu de cercles divisés, une vis micrométrique agissant à l'extrémité de deux bras de levier fixés aux plateaux qui portent les cristaux (fig. 1).

La longueur du bras de levier, de 34,37 cm., est déterminée pour qu'un tour complet de la vis d'entraînement, du pas de 1 mm., corresponde à une rotation des cristaux de 10 minutes. Le tambour est gradué en divisions correspon-

(¹) J. DU MOND et A. HOYT, *Phys. Rev.*, **36** (1930), p. 1702.

chant chacune à 10 secondes, ce qui permet d'évaluer une rotation de une seconde.

L'appareil a été construit avec beaucoup de soin, afin de ne pas rendre cette précision illusoire. Entre autres, la vis micrométrique, au lieu d'être portée uniquement par les leviers, et d'être retenue en place sur un trou ovalisé par un ressort, était portée par deux coussinets fixés au socle ;

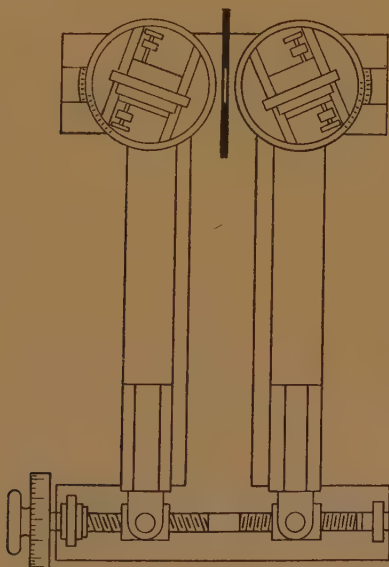


Fig. 1.

l'entraînement des leviers s'effectuait par l'intermédiaire de glissières rodées. D'autre part, les axes des cristaux ainsi que les axes des écrous étaient constitués par des cônes rodés.

Les cristaux utilisés étaient taillés dans de très belles lames de spath, et mesuraient 2×5 cm. Une ouverture percée dans chaque porte-cristal permettait d'amener les cristaux à un parallélisme très exact, en utilisant simultanément

ment les images données par les deux cristaux dans une lunette auto-collimatrice.

Deux fentes horizontales, placées à l'entrée et à la sortie du faisceau de rayons X, permettaient de réduire à volonté la divergence verticale des rayons. Un système d'écrans de plomb éliminait autant que possible le rayonnement diffusé, et ne permettait que le passage des rayons réfléchis par les cristaux. Le rayonnement était de plus filtré par des feuilles d'aluminium et de nickel interposées devant les divers diaphragmes.

J'utilisai soit des cristaux polis très exactement suivant les plans de clivage, soit des cristaux simplement clivés. Les résultats obtenus furent identiques.

b) *Chambre d'ionisation*. — La chambre d'ionisation que j'employai avec ce spectrographe était du type décrit par les mêmes auteurs : elle consistait en un récipient de nickel, dont le couvercle porte une grille, entourant l'électrode reliée à l'électromètre. Cette grille était portée à un potentiel de 120 volts, ainsi que le couvercle. La chambre d'ionisation, fermée par une feuille d'aluminium de 0 mm. 01 d'épaisseur, était remplie de bromure de méthyle. La longueur de la grille (17 cm.) était suffisante pour que tout le rayonnement incident, d'environ $2 \text{ \AA}$ de longueur d'onde, soit absorbé.

L'électromètre était relié par un fil très court à l'électrode de la chambre d'ionisation, de sorte que la capacité était très réduite. Les tensions auxiliaires étaient appliquées aux plateaux par un dispositif potentiométrique ; elles étaient poussées jusqu'à la limite de stabilité de l'aiguille. Celle-ci était observée avec un microscope muni d'un objectif spécial, de fort grossissement et de grande distance frontale.

c) *Mesures et résultats obtenus avec ce spectrographe*. — La figure 2, A montre les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cuivre, obtenues à l'aide de ce spectrographe.

Entre chaque mesure, l'orientation des cristaux était modifiée d'une quantité variant entre 5 et 10 secondes,

suivant que l'on se trouvait au voisinage d'un sommet, ou sur une partie rectiligne de la courbe. La mesure d'ionisation s'effectuait en mesurant le temps que mettait l'aiguille à parcourir cinq divisions du micromètre.

L'angle dont tournait le cristal était mesuré à environ une seconde près, ce qui correspond, dans cette région du spectre, à 0,025 Unité X. Etant donné le soin apporté à la construction de l'appareil, il semble difficile d'obtenir une précision supérieure dans cette mesure.

Le passage de l'aiguille devant une division peut être évalué à $1/20^e$ de division près ; la précision dans la mesure du temps mis à parcourir cinq divisions est, du fait des deux pointés, de $1/50^e$. Cette précision peut être augmentée en prenant la moyenne de plusieurs mesures (cinq pour chaque position du cristal, dans le cas actuel). On peut estimer à $1/100^e$ au moins la précision avec laquelle est déterminée chaque point *vers un sommet de la courbe*. Les points correspondant aux parties inférieures de la courbe sont déterminés avec une moins grande précision, étant donné la trop grande longueur des mesures (jusqu'à 4 minutes).

Une cause d'erreurs possibles, du même ordre de grandeur au moins, réside dans le défaut de constance du rayonnement lui-même. On ne peut guère compter sur une constance du secteur-force supérieure à $1/100^e$, pendant les heures de moindre utilisation. D'autre part, une très faible variation dans le chauffage du filament, due par exemple à un échauffement ou à un refroidissement d'un rhéostat, peut amener des variations notables dans l'intensité du faisceau de rayons X.

La courbe de la figure 2, A montre que les pointés sont bien alignés ; elle présente un aspect très régulier. Cette impression est plus forte encore lorsqu'on considère la courbe originale, faite à plus grande échelle.

Mais, en comparant les courbes obtenues par cette méthode

et les microphotogrammes de raies obtenues à l'aide d'un spectrographe de 20 cm., à cristal tournant, également dans le premier ordre de réflexion, j'ai constaté que :

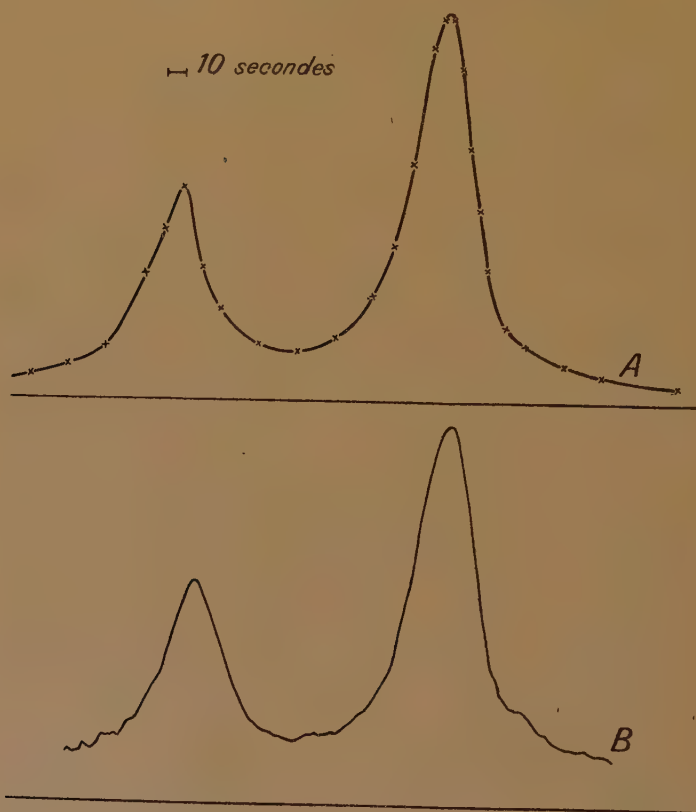


Fig. 2 A, B.

(Raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cuivre).

1° Les maxima donnés par l'enregistrement photographique sont mieux déterminés que les maxima obtenus par la chambre d'ionisation.

2° L'aspect de la courbe microphotométrique est moins

uniforme. Notamment, les cassures que donnent la superposition aux raies principales de raies secondaires sont beaucoup plus accusées (voir fig. 2, B). En comparant un grand nombre de courbes microphotométriques, on pourra éliminer les dentelures provenant du grain de la plaque, et obtenir une forte probabilité d'existence de raies secondaires faibles. C'est ce que j'ai fait au sujet de raies $K\beta$. On peut noter que, dans la méthode photographique, les irrégularités du rayonnement incident ont une importance minime.

d) *Sensibilité*. — Le tube générateur de rayons X fonctionnant sous 25 kilowolts, 10 milliampères, les 5 divisions du micromètre étaient parcourues en 4 sec. 8, lorsqu'on se plaçait au maximum de $K\alpha_1$; en 26 sec. 2 au maximum de $K\beta_1$, ce qui rend la détermination de la forme de cette courbe très incertaine : la raie $K\beta_2$ était pratiquement inaccessible.

Il est certain que la sensibilité de l'appareil aurait pu être accrue, en employant un électromètre plus sensible (ce qui était rendu difficile par les vibrations de la pompe Hollweck sur lequel le tube était branché), et en augmentant le potentiel appliqué à la grille.

Mais, comme je me proposais de faire fonctionner mon tube aux environs de 20 KV, 1 MA, il m'était à peu près impossible de me servir, dans ces conditions, d'un spectrographe à deux cristaux.

2. *Spectrographes à cristal tournant*. — Avant de faire construire un spectrographe à cristal tournant définitif, j'avais étudié deux spectrographes du même type, construits par des moyens de fortune, l'un de 12 cm. 5 de rayon, l'autre de 40 cm. de rayon et fonctionnant dans l'hydrogène.

La comparaison des résultats obtenus m'avaient montré que, tout au moins pour les longueurs d'onde que j'étudiais, le pouvoir séparateur n'augmente pas proportionnellement aux dimensions du spectrographe. D'autre part, le temps de

pose nécessaire pour obtenir, avec la puissance que je désirais dépenser, les raies $K\beta_1$ et β_2 était trop long avec un spectrographe de 40 cm. de rayon. Enfin, un appareil de cette dernière dimension devient très lourd si l'on veut lui donner la rigidité nécessaire, entre autres, pour pouvoir effectuer le changement de volets qui permettra d'obtenir un spectre de comparaison, sans faire remuer la plaque. Un rayon de 20 cm. me parut offrir un pouvoir séparateur suffisant, et nécessiter des temps de pose raisonnables.

a) *Description du spectrographe.* — Je me suis efforcé, dans la construction de ce spectrographe, d'obtenir une très grande solidité dans l'assemblage des pièces essentielles, de façon à éviter tout déplacement relatif des diverses parties, surtout au cours du changement de volets entre deux poses. J'avais en effet fréquemment constaté, dans mes précédents essais, des déplacements de raies accidentels, entre deux clichés pris dans les mêmes conditions, déplacements de l'ordre de 0 mm. 01 à 0 mm. 02.

L'appareil est constitué par un socle trapézoïdal en laiton de 6 mm. d'épaisseur, sur lequel sont directement fixés le tube porte-fente, le cristal, et le tube porte-châssis (fig. 3).

Les tubes sont fermés par des feuilles de cellophane de 0,01 d'épaisseur, et sont parcourus, pendant les poses, par un lent courant d'hydrogène. Les rayons X accomplissent ainsi un trajet de 34 cm. dans l'hydrogène, et seulement de 6 cm. dans l'air, ce qui permet de diminuer de moitié le temps de pose.

Le tube porte-fente peut basculer sur deux billes, qui permettent le réglage du parallélisme de la fente et du cristal. Il est maintenu par deux puissants ressorts. La fente est celle d'un spectrographe à vide de Siegbahn, munie de lèvres de platine. Elle a 0 mm. 03 de largeur. L'extrémité du tube qui porte la fente est constituée par un tube de 18 mm. de diamètre et de 4 cm. de long, ce qui permet d'approcher la

fente au contact de la fenêtre du tube à rayons X, d'un accès difficile dans mes divers appareils (voir fig. 9 et 12).

Le cristal est porté par un petit goniomètre de 8 cm. de rayon. Le cristal est généralement laissé fixe. On peut le faire tourner à l'aide d'un mouvement d'horlogerie. La rotation du cristal s'accompagne presque toujours d'un très léger élargissement de la raie, malgré les réglages les plus précis.

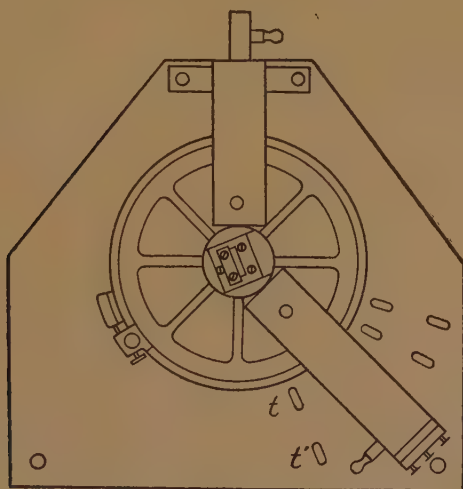


Fig. 3.

D'autre part, l'aspect des raies reste toujours identique à lui-même, lorsqu'on laisse le cristal fixe, quelles que soient les dimensions et l'aspect de la tache cathodique. J'ai donc pris la plupart de mes clichés en laissant le cristal fixe.

Le tube porte-châssis, qui doit pouvoir prendre plusieurs positions autour de l'axe du cristal pour enregistrer les différentes raies du spectre, est fixé directement au socle, par des vis qui passent au travers d'ouvertures allongées T. et T', autorisant le réglage de la distance de la plaque au cristal. Une série de telles ouvertures, centrées sur le cristal, per-

met d'explorer toutes les longueurs d'onde, et de fixer chaque fois le tube porte-châssis de façon très stable.

Le châssis, en laiton massif fraisé, est fixé sur ce dernier tube par quatre vis de pression. La plaque photographique est très fortement maintenue par la pression d'une plaque de laiton vissée. La solidité de l'ensemble est telle que le volet peut être retourné, même à frottement dur, sans aucun déplacement de la plaque. Le retournement du volet permet de superposer les photographies de la raie étudiée avec champ magnétique (A) et sans champ magnétique (B) dans l'ordre AB AB de façon à faciliter leur comparaison.

b) *Résultats obtenus.* — Nous avons comparé plus haut les courbes microphotométriques des raies obtenues avec ce dernier spectrographe, et des mêmes raies obtenues à l'aide d'un spectrographe à deux cristaux.

Les raies données par un spectrographe d'essai, à cristal de calcite, de 40 cm. de rayon, étaient presque exactement deux fois plus larges que celles données par le spectrographe que je viens de décrire.

Ces raies semblent, proportionnellement, 1,3 à 1,5 fois plus larges que celles obtenues par M. Valasek ⁽¹⁾ à l'aide d'un spectrographe de Seemann de 296 cm. Cette comparaison, rendue peu précise du fait que la largeur de la raie dépend du temps de pose et du contraste photographique, justifie l'adoption d'un spectrographe de 20 cm., dans cette étude où une grande sensibilité au rayonnement est essentielle.

3. *Spectrographes à mica courbé.* — Les spectrographes à fente conviennent mal à l'étude du rayonnement émis par une source étendue et de peu d'éclat. Me trouvant en présence de sources de ce genre dans l'étude que je voulais faire du fer au-dessus du point de Curie, et dans l'étude de spectres de fluorescence, je fis construire deux spectrogra-

(¹) VALASEK, *Phys. Rev.*, **35** (1930), p. 291.

phes à cristal courbé, de 20 et 40 cm. de rayon du type établi par Mlle Y. Cauchois (¹).

Ces spectrographes furent construits avec beaucoup de simplicité (fig. 4) : le porte-cristal et le porte-film sont fixés sur un socle de fonte, où leur position est réperée à l'aide de vis de butée. Le réglage a été fait une fois pour toutes, en alignant le porte-cristal et le porte-film sur des cercles tracés au compas sur le socle. La surface du cristal et celle du film sont ainsi placées sur les surfaces cylindriques théoriques avec une précision de 0 mm. 1, qui s'est montrée très suffisante, pour étudier la région de $2 \text{ \AA}$ à l'aide du mica, dont le pouvoir séparateur n'est pas très élevé.

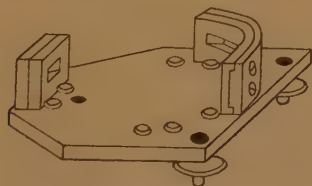


Fig. 4.

Le châssis porte-film était rendu mobile, pour la commodité de manipulation des épreuves, et la surface sensible était protégée par une feuille d'aluminium de 0 mm. 01 d'épaisseur. Ceci permettait, pendant les poses qui ont souvent été très longues (jusqu'à 12 et 24 heures, pour les spectres de fluorescence) d'éclairer le laboratoire avec une lampe jaune foncé, sans risquer de voiler le film.

Les raies obtenues avec un spectrographe de 20 cm., à mica courbé sont un peu moins fines que celles obtenues avec le spectrographe à cristal tournant muni d'un cristal de spath. La largeur des raies est de 0 mm. 025. En utilisant un spectrographe à mica de 40 cm., on obtenait des raies de

(¹) Mlle Y. CAUCHOIS, *loc. cit.*

0 mm. 04 de large. L'avantage n'est pas considérable. Mais, dans un spectrographe de cette dimension, le fond continu est plus faible, et les raies plus contrastées.

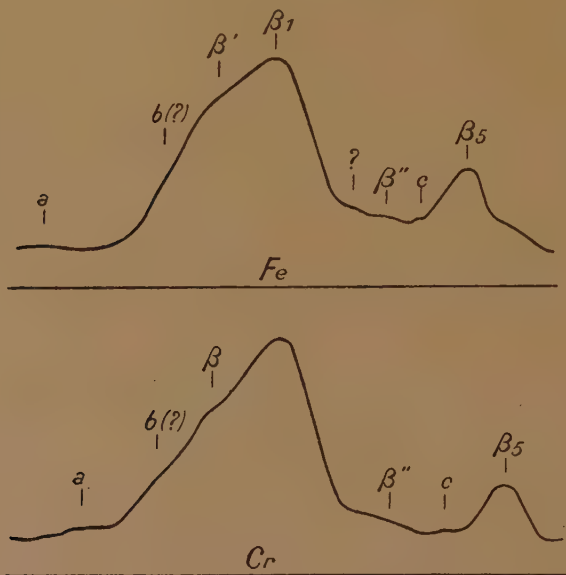


Fig. 5 a, b

4. Aspect des raies $K\beta$ des éléments de 24 Cr à 29 Cu. — Les figures 5 (a, b, c, d) montrent les microphotographies des raies $K\beta_1$ et $K\beta_5$ du chrome, du fer, du nickel et du cuivre. Les courbes du chrome et du cuivre, sont des microphotographies directes, obtenues sans grain de plaque. Les courbes du fer et du nickel présentant toutes un grain assez fort, qui rend peu visibles les raies faibles, je les ai reproduites graphiquement, en prenant la moyenne des ordonnées d'un grand nombre de courbes, données par des clichés différents.

Ces courbes présentent toutes une grande analogie de formes, et semblent montrer, outre les raies $K\beta'$, β_1 , β'' , β_5 et β''' ,

trois autres raies, que je désignerai ici par les lettres *a*, *b*, *c*. Ces raies, que j'ai pu suivre également sur le manganèse et le cobalt, présentent les longueurs d'onde suivantes :

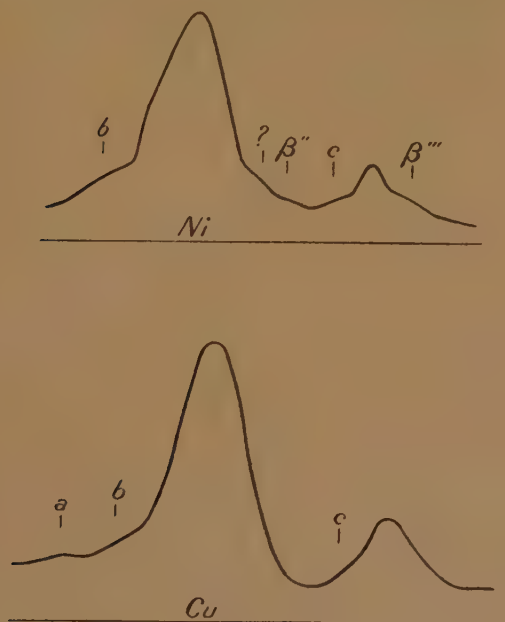


Fig. 5 c, d

	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu
<i>a</i>	2092,8	1918,0	1765,6	1629,9 (?)		1399
<i>b</i>	(0)		1760,4 ⁽¹⁾	1624,4 (?)	1503,0	1394 (?)
<i>c</i>	2070		1744	1609,3	1487,6 (?)	(0)

⁽¹⁾ Cette raie, peu visible sur la figure 5 b, est très visible sur la courbe fig. 16, b correspondant à Fe²O³.

Le signe (o) indique une raie visible, mais dont la longueur d'onde ne peut être déterminée. Le signe (?) indique une longueur d'onde incertaine.

Dans les courbes relatives au fer et au nickel (5 b et 5 c) la raie β'' semble formé d'un doublet. Cette apparence n'existe que dans ces deux courbes, obtenues par des moyennes graphiques, et je ne puis ici que l'indiquer.



Fig. 6.

La figure 6 montre le diagramme de Moseley modifié, correspondant aux différentes raies K, du vanadium jusqu'au zinc. Les cercles correspondent aux raies anciennement connues, les croix aux raies que je viens d'indiquer.

Les courbes relatives aux raies a, b, c présentent de grandes analogies avec les courbes relatives aux autres raies.

On constate notamment une brisure très nette de la courbe α , entre le manganèse et le fer, très analogue à la brisure de la courbe relative à ξ''' . La raie b semble présenter, entre le nickel et le cuivre, une brisure qui se retrouve à cet endroit pour un grand nombre de raies (β_1 , β'' , ξ_5). Les longueurs d'onde de la raie b sont d'ailleurs déterminées avec une précision très faible.

DEUXIÈME PARTIE

Raies d'émission du fer aimanté.

L'obtention de rayons X à partir d'une anticathode de fer aimantée est rendue difficile, d'une part par l'échauffement de l'anticathode sous l'action du bombardement cathodique ; d'autre part, par l'action du champ démagnétisant, qui rend difficile l'aimantation *en surface* d'un métal ferromagnétique.

a) *Echauffement de l'anticathode.* — La surface qui émet le rayonnement doit rester à une température inférieure au point de Curie, situé à 775° . L'impossibilité de mesurer directement cette température oblige à se placer dans des conditions d'expérience telles que l'on ait, à ce sujet, une ample marge de sécurité.

Le bon refroidissement de l'anticathode exigerait de terminer celle-ci par une plaque mince de métal, refroidie par un courant d'eau. La nécessité de canaliser les lignes de force magnétiques dans l'anticathode, pour en faire aboutir le plus grand nombre possible sous la tache cathodique, exige au contraire de terminer l'anticathode par une forte épaisseur de métal.

Je me suis arrêté au moyen du terme suivant : l'anticathode reçoit l'eau de refroidissement par un canal de 1 cm^2 de section, qui aboutit à 1 cm. au-dessous de la tache cathodique.

Le calcul montre que la température de la tache cathodique dépend de la puissance dépensée, et de la surface S_0 de la tache cathodique. Soient S la surface de refroidissement,

e l'épaisseur de l'anticathode. La chute de température dans cette anticathode sera :

$$\theta = \frac{We}{\alpha J} \frac{\text{Log } S - \text{Log } S_0}{S - S_0} ; \quad \alpha = 0,2 \text{ pour le fer pur.}$$

Les expériences ont été effectuées avec une tension de 20.000 volts, et une intensité de 1 milliampère dans le tube, soit une puissance de 20 watts. La courbe de la figure 7

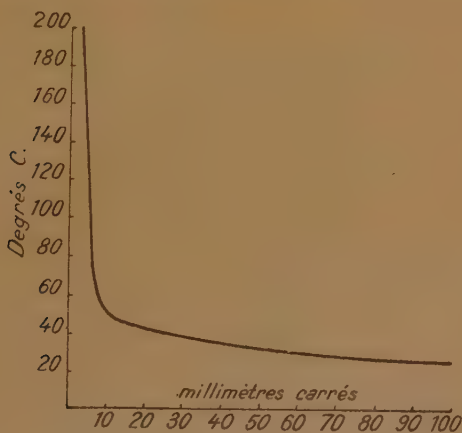


Fig. 7.

représente, dans les conditions de mes expériences, la chute de température dans le métal de l'anticathode, en fonction de la surface de la tache cathodique. On voit sur cette figure qu'il est très avantageux d'obtenir une tache cathodique dont la surface soit légèrement supérieure à 10 mm². Au-dessous de cette valeur, la température monte très rapidement. Au-dessus, l'éclat de la tache émettrice diminue, sans que l'on en tire un avantage marqué au point de vue de la température.

La dimension de la tache cathodique ne pouvait être réglée dans mes appareils de la même façon que dans les tubes

ordinaires. Les électrons sont en effet déviés par les lignes de force magnétique.

En observant la tache cathodique avec une chambre noire, composée d'un diaphragme percé dans une lame de plomb et d'un écran fluorescent, on s'aperçoit que la surface de cette tache diminue à mesure que le champ magnétique augmente, pour atteindre rapidement une limite égale, à peu de chose près, à la surface du filament émetteur.

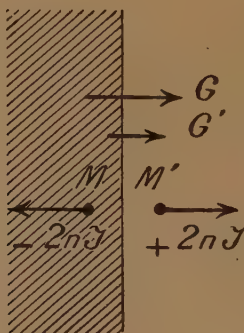


Fig. 8.

Cette surface limite, mesurée à l'aide de la chambre noire, est de 16 mm^2 . Il lui correspond une chute de température de 45° . La température de l'eau de refroidissement étant au plus de 25° , la température calculée de la tache émettrice serait de 70° .

Si l'on supposait la tache cathodique réduite à 5 mm^2 , sa température ne serait encore que de 125° . Dans mes expériences, la surface émettrice se trouvait donc bien à une température très inférieure à celle du point de Curie, et probablement voisine de 100° .

b) *Aimantation de l'anticathode.* — L'aimantation à saturation du fer a pour valeur 1700 C. G. S. Cette valeur est presque atteinte dans des champs de quelques dizaines de

gauss, en l'absence de champ démagnétisant, par exemple au milieu d'une tige de fer longue et étroite.

Il en est tout autrement au voisinage de la surface du fer. Soient M et M' deux points très voisins, l'un à l'intérieur, l'autre à l'extérieur de la substance ferromagnétique. Les champs agissant en M et en M' sont la somme (fig. 8).

1° Du champ G dû aux bobines magnétisantes.

2° Du champ G' dû à l'aimantation des substances ferromagnétiques placées dans le voisinage, et en particulier de la pièce qui contient le point M.

3° Du champ dû à la proximité de la surface S. Ce champ est égal à $-2\pi\mathfrak{J}$ en M, à $+2\pi\mathfrak{J}$ en M'.

Le champ agissant en M est $H = G + G' - 2\pi\mathfrak{J}$ (1). Comme d'autre part $\mathfrak{J} = \chi H$, cette expression peut s'écrire :

$$(2) \quad H = \frac{G + G'}{1 + 2\pi\chi}$$

ou encore :

$$(3) \quad \mathfrak{J} = \frac{G + G'}{2\pi + \frac{1}{\chi}}$$

L'expression (2) montre que le champ agissant ne peut avoir, à l'intérieur du barreau, qu'une valeur très faible, la susceptibilité prenant immédiatement des valeurs très élevées.

L'expression (3) montre que $\mathfrak{J}$ augmente à peu près proportionnellement à $G + G'$. On n'a donc d'autre ressource, pour obtenir de fortes valeurs de $\mathfrak{J}$, que d'employer un fort champ magnétisant G, et de l'augmenter par le champ G' de masses de fer, disposées, soit en forme de circuit magnétique ouvert, comme dans mes premières expériences, soit en forme de circuit magnétique semi-fermé, comme dans les expériences suivantes.

Pour mesurer l'aimantation $\mathfrak{J}$, il suffit de mesurer le champ $\mathfrak{B} = G + G' + 2\pi\mathfrak{J}$ en M'. En effet, d'après l'expression (1) où H est négligeable auprès de G, G' et $\mathfrak{J}$, on peut

écrire $G + G' = 2\pi\mathfrak{J}$ d'où $\mathfrak{B} = 4\pi\mathfrak{J}$. A l'aimantation à saturation correspondant un champ en M' d'environ 20 000 gauss.

J'ai effectué la mesure du champ à la surface de l'anticathode par la méthode du galvanomètre balistique, à l'aide d'une petite bobine de 8 mm. de diamètre intérieur, dont la gorge, d'une section de 1 mm², portait une cinquantaine de tours de fils. Cette bobine avait été tarée dans un champ connu.

Le champ atteint a été, dans mes premières expériences, de 5 000 gauss. Il correspond au quart environ de la saturation magnétique du fer. Dans les expériences suivantes, effectuées à l'aide d'un tube comportant un circuit magnétique semi-fermé, j'atteignais 18 000 gauss, ce qui correspond à une aimantation de 1 430 C. G. S., soit 0,85 de la saturation. Une telle proportion suffisait au but que je me proposais.

1. Appareil à champ magnétique ouvert. — Dans une première série de recherches, j'ai cherché à obtenir une anticathode fortement aimantée, en utilisant un tube démontable que je possédais, tube construit par la maison Beaudouin.

La forme assez compacte du tube ne permettait d'y placer que des pièces de fer assez réduites. L'anticathode était formée d'une tige massive de fer, de 15 cm. de long, percée axialement, pour permettre le refroidissement, d'un trou cylindrique de 1 cm. de diamètre, s'arrêtant à 1 cm. de la surface émettrice (fig. 9).

En face de cette pièce était un cylindre de fer, vissé en place du cache de laiton habituellement utilisé dans ce tube. L'épaisseur de ce cache avait été déterminée de façon à occuper toute la place laissée libre dans le tube Beaudouin, et à ne pas approcher les pièces cathodiques de plus de 8 mm.

Les dimensions intérieures des bobines productrices du champ magnétique étaient déterminées par celles du tube Beaudouin, autour duquel elles devaient être placées.

Pour déterminer leurs dimensions extérieures j'ai cherché une section raisonnable se plaçant au mieux dans les courbes $\frac{\sin \alpha}{\rho^2} = C^{\text{te}}$, qui déterminent la meilleure forme d'un enroulement destiné à produire un champ magnétique en un point déterminé, ici la surface émettrice de l'anticathode (fig. 9).

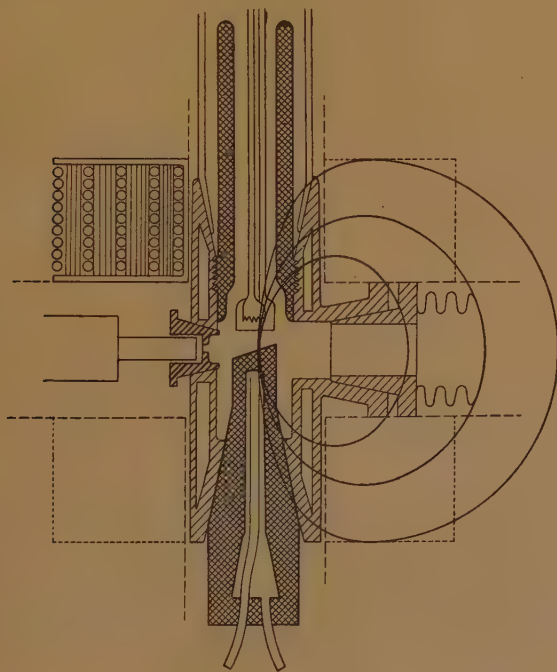


Fig. 9.

Les bobines qui m'ont semblé le mieux convenir, de forme ovale pour permettre le passage des tubes d'abduction d'eau sans perdre trop de place, avaient chacune une épaisseur de 65 mm., des dimensions intérieures de 75×100 , et extérieures de 210×250 .

Si l'on se donne les dimensions extérieures des bobines

le champ maximum que l'on peut obtenir dépend presque uniquement de la puissance que l'on peut y dépenser.

En effet, si r est le rayon moyen des spires, N leur nombre, l la longueur du fil, on a, avec des notations par ailleurs évidentes :

$$h = \left[\frac{2\pi}{10} \frac{r^2}{(r^2 + x^2)^{\frac{3}{2}}} \right] Ni$$

$W = \rho \frac{l}{s} i^2$. La longueur et la section du fil étant données d'autre part, par les relations :

$$l = 2\pi Nr$$

$$s = \frac{S}{N} \quad (S \text{ étant la section de la gorge de la bobine}),$$

d'où :

$$W = \left[\frac{2\pi\rho r}{S} \right] N^2 i^2 = Kh^2.$$

Les expressions entre crochets étant constantes, on voit que le champ h est proportionnel à la racine carrée de la puissance W dépensée dans la bobine.

Pour éliminer dans une bobine une quantité considérable d'énergie, il faut avoir recours à un refroidissement par l'eau. La solution la plus radicale consiste à remplacer le fil par du tube isolé, dans lequel passe un courant d'eau. Cette solution est la plus efficace, mais elle nécessite l'emploi d'un ampérage élevé, et de générateurs spéciaux.

Une solution intermédiaire, à laquelle je me suis arrêté, consiste à noyer dans un enroulement de fil isolé quelques couches de tube destinées au refroidissement, sans servir au transport du courant. Les bobines que j'utilisai étaient ainsi constituées :

1 couche de tube de cuivre rouge de 6 mm. extérieur, 4 mm. intérieur ;

1 couche de soie bakélisée ;

5 couches de fil de 2 mm. sous deux couches soie ;

1 couche de soie bakélisée ;

1 couche de tube, etc... /

Chaque bobine portait en tout 600 spires de fil conducteur.

Les bobines, soigneusement bakélisées, étaient ensuite recuites à l'étuve, à la température de durcissement de la bakélite. Il est nécessaire de clore à peu près hermétiquement la bobine (deux de celles-ci furent détruites par un court-circuit dû à quelques gouttes d'eau, qui s'y introduisirent pendant un démontage). Pour pouvoir porter à son maximum le courant dans la bobine, il est nécessaire de vérifier que l'on ne dépasse pas la température de 100° à 120° que peut supporter l'isolant. Un couple thermo-électrique nickel-cuivre, noyé dans les enroulements, et relié à un milliampermètre, permet de contrôler à tout instant cette température.

Lorsque le courant d'eau est arrêté, la bobine ne peut supporter plus de 8 à 9 ampères, ce qui correspond à une évacuation de chaleur d'environ 100 watts, soit 0,1 watt par unité de surface de la bobine (Valeur couramment admise).

Lorsque le courant d'eau est établi, chaque bobine supporte 35 ampères, ce qui correspond à 1,75 Kw par bobine ; le champ magnétique est multiplié par 4. On peut compter qu'une telle bobine donne un champ trois fois supérieur à celui d'une bobine massive sans refroidissement.

Le champ obtenu au point correspondant au centre de la surface de l'anticathode est, en l'absence de fer, de 1 300 gauss.

L'induction obtenue à la surface de l'anticathode, une fois celle-ci en place, est, en l'absence du cache de fer cylindrique, de 4 150 gauss. La présence du cache de fer porte ce champ à 5 000 gauss. Un tel champ d'induction correspond au quart de la saturation du fer.

Expériences. — Le rayonnement était analysé à l'aide du spectrographe à cristal tournant décrit plus haut. Je prenais

deux poses sur chaque cliché, l'une sans champ magnétique(A), l'autre avec champ magnétique(B). Les clichés étaient superposés dans l'ordre ABAB par un système de volets, de façon à ce que chaque raie prise dans les conditions A soit encadrée par deux raies B, et réciproquement, ce qui facilite les comparaisons.

L'appareil fonctionnant, comme je l'ai indiqué plus haut, sous 20 kv., 1 milliampère, les poses étaient très longues (9 heures pour chaque pose). Lors de la prise de la pose de comparaison, la tache cathodique s'élargissant en l'absence du champ magnétique, le tube était poussé à 20.000 V., 3 MA pour conserver le même éclat de la tache cathodique, et les mêmes conditions à la surface de l'anticathode. La pose était encore de 9 heures.

Quatre tels clichés furent pris, deux avec une anticathode chargée de magnétisme nord, un avec une anticathode sud, un avec un cliché nord, un cliché sud.

La raie β_1 était étudiée à la machine à diviser. Dix pointés étant effectués sur chaque cliché, la moyenne des visées sur les raies avec champ magnétique ne s'écartait pas de plus de 0 mm. 002 de la moyenne des visées sur les raies de comparaisons, ce qui correspond à une précision de 0,03 U. X. Le plus grand écart avec la moyenne était de 0 mm. 01 (0,15 U. X.).

La raie β_2 ne pouvait être visée directement avec précision. Les clichés étaient microphotométrés à l'aide d'un microphotomètre de Moll, avec un grandissement de 100. L'écart des raies β_1 et β_2 était mesuré par la distance des sommets de ces deux raies. Cette distance restait constante à 1 mm. près (0,15 U. X.), les moyennes des distances entre β_1 et β_2 ne différant pas de plus de 0 mm. 2 (0,03 U. X.). L'aspect des raies n'était pas changé par le champ magnétique.

La raie β_2 ne pouvant être atteinte que par l'intermédiaire de β_1 , la constance de sa longueur d'onde ne peut être affirmée à plus de 0,06 U. X. près.

Si l'on suppose que le niveau K n'est pas modifié par le champ magnétique et qu'une modification quelconque ne peut porter que sur les niveaux extérieurs de l'atome, on peut se proposer de reconnaître avec quelle précision on peut affirmer la constance de l'énergie de ces niveaux.

L'énergie d'un niveau atomique est souvent mesurée par la quantité $\frac{\nu}{R}$ correspondante, qui lui est proportionnelle.

Pour la raie β_1 , un écart de 0,03 U. X. correspond à un écart de 0,009 unités pour la quantité $\frac{\nu}{R}$.

Pour la raie β_2 , un écart de 0,06 U. X. correspond à un écart de 0,018 unités pour $\frac{\nu}{R}$.

En reportant cet écart sur les niveaux $M_{2,3}$ ($\frac{\nu}{R} = 4,1$) et $M_{4,5}$ ($\frac{\nu}{R} = 0,4$) on voit que l'énergie de ceux-ci reste constante respectivement à $1/400^e$, et à $1/20^e$ près.

2. Appareil à champ magnétique semi-fermé. — Le dispositif que je viens de décrire ne permettant d'atteindre que le quart de la saturation, il devenait nécessaire, pour obtenir une aimantation plus forte, de recourir à un tube utilisant un circuit magnétique analogue à celui d'un électro-aimant. Il est assez facile d'établir entre les deux pôles d'un électro-aimant à circuit magnétique fermé une différence de potentiel de plusieurs milliers de volts, en interposant dans le circuit magnétique une plaque isolante de 2 ou 3 mm. d'épaisseur. Si la section de la carcasse est de l'ordre du décimètre carré, à l'endroit où l'on interpose l'isolant, la réductance de celui-ci sera négligeable à côté de celle d'un entrefer de 1 cm. de longueur et de 2 ou 3 cm² de section.

L'appareil que je fis construire (fig. 10 et 12) se compose d'une forte carcasse formant un double circuit magnétique. Cette disposition permet, en distribuant sur les deux montants l'effort dû à l'attraction des deux parties de l'électro-

aimant, d'obtenir un appareil très rigide, avec un minimum de complications mécaniques.

La carcasse est de section : rectangulaire de 10×5 cm pour le haut et le bas ; cylindrique, de diamètre 7 cm. pour les montants. La section a à peu près partout la même valeur, soit 50 cm^2 .

Le circuit magnétique est coupé en deux endroits (fig. 10), pour permettre d'établir entre les pièces polaires la diffé-

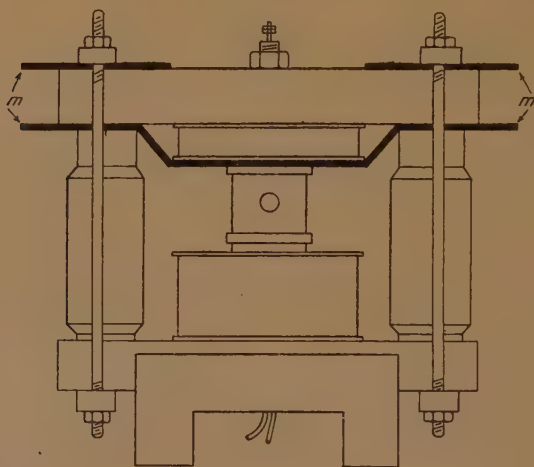


Fig. 10.

rence de potentiel nécessaire à la production des rayons X. L'isolement est constitué par des plaques de micanite *m*, de 0 cm. 25 d'épaisseur ; ces plaques sont moulées à chaud, pour leur donner la forme indiquée par la figure, ce qui a l'avantage d'interdire aux effluves de passer entre les bobinages de haute et basse tension. La grande largeur des plaques protège l'opérateur contre un contact accidentel avec la haute tension.

Les deux portions, haute et basse tension, de l'électro-aimant doivent être pressées très fortement l'une contre

l'autre, pour éviter l'écrasement de l'isolant lors de l'établissement du champ magnétique, ce qui entraînerait le bris du tube de verre mastiqué entre les pièces polaires.

J'ai utilisé des étriers de grande dimension, prenant appui sur la partie supérieure de l'électro-aimant par l'intermédiaire d'une plaque de micanite analogue à celle déjà décrite et dépassant la partie supérieure de 5 cm. dans chaque sens.

Les étriers étaient composés de barres transversales d'acier doux, de 3 cm. 5 $\times$ 2 cm. 5 de section, reliées par des tiges filetées de 14 mm. de diamètre. Le serrage s'effectuait en deux fois, à 12 heures d'intervalle, pour permettre l'écrasement complet de l'isolant. Le second serrage était effectué en présence du champ magnétique maximum que devait supporter l'appareil. Ces serrages étaient assez énergiques pour courber les barres transversales de l'étrier, qui formaient alors ressort. L'établissement du champ magnétique ne produit plus alors de rapprochement des pièces polaires, supérieur à 0 mm. 005, précision obtenue avec un microscope de pointage. Dans ces conditions, le tube de verre destiné à maintenir le vide entre les pièces polaires pouvait être mastiqué directement sur celles-ci, sans interposition d'aucun joint élastique.

a) *Calcul de l'électro-aimant.* — Ce calcul n'a pas besoin ici d'une grande précision. Il suffit que l'aimantation des pièces polaires soit très voisine de la saturation, ou, en d'autres termes, que le champ dans l'entrefer soit très voisin de 20 000 gauss.

La réluctance de l'entrefer, d'une section elliptique de diamètres 1 cm. 5 $\times$ 2 cm., et d'un écartement de 0 cm. 5, est de 0,21 C. G. S.

La réluctance de la carcasse est de 0,0022 C. G. S. environ.

La réluctance due aux plaques de micanite, d'épaisseur 0 cm. 25, de section 42 cm², est de 0,003 C. G. S.

Ces deux dernières réluctances sont négligeables auprès de celle de l'entrefer. On aura donc la valeur de la force magnétomotrice à employer en utilisant la formule $\frac{4\pi Ni}{10} = Hl$ où l est la longueur de l'entrefer, H le champ dans celui-ci.

Si l'on se propose d'utiliser un courant maximum de 20 ampères, cette formule indique qu'un bobinage de 400 tours suffirait pour obtenir un champ de 20 000 gauss dans l'entrefer.

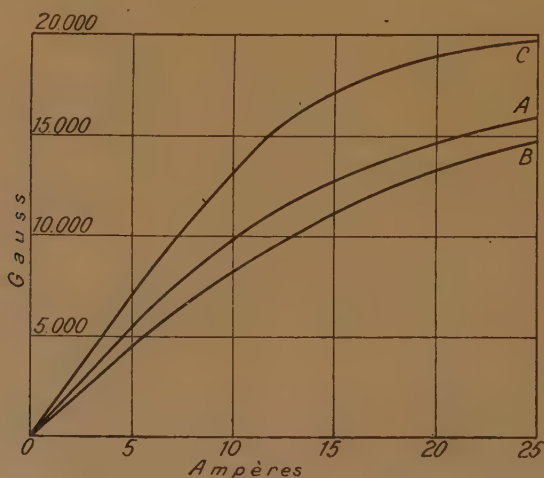


Fig. 11. — Champ dans l'entrefer.

- A sans bobine haute tension sans et les plaques de mécanite.
 B sans la bobine haute tension et avec les plaques de mécanite.
 C avec la bobine haute tension et avec les plaques de mécanite.

Je me suis d'abord proposé de n'utiliser que des bobinages de basse tension, placés sur la partie de la carcasse reliée au sol. Il faut s'attendre, dans ce cas, à des pertes magnétiques très élevées. J'employai donc un bobinage double de celui théoriquement nécessaire, à savoir : 380 tours autour de la pièce polaire reliée au sol, et 200 tours sur chacun des montants de l'électro-aimant.

La figure 11 indique les résultats obtenus : pour un courant magnétisant de 20 ampères, le champ dans l'entrefer n'est que de 14 700 gauss sans les plaques de micanite, et de 13 800 gauss avec celles-ci. Le champ est seulement $\frac{1}{2,7}$ de la valeur théorique; la diminution de champ due aux plaques de micanite, bien que faible (900 gauss, soit $1/15^e$ environ), est très supérieure à celle que l'on pouvait calculer (environ 300 gauss).

J'ai donc dû placer un bobinage sur la pièce polaire à haute tension. Une bobine plate de 250 tours de fil de 2 mm. y fut placée. Cette bobine était alimentée par une batterie d'accumulateurs de 6 volts, placée, ainsi qu'un rhéostat à manche isclant et un ampèremètre, sur une table isolée. Le courant dans cette bobine était toujours maintenu moitié de celui qui traversait les autres enroulements. La figure 11 montre que le champ atteint est de 18 000 gauss en présence des plaques de micanite. L'augmentation de champ est de 4 500 gauss. Elle atteint les trois quarts de l'augmentation de champ calculable. L'addition de cette bobine est donc très avantageuse.

b) *Emploi de l'appareil comme tube à rayons X.* — Pour transformer cet électro-aimant en tube à rayons X, il suffit :

- a) de placer les pièces polaires dans le vide ;
- b) de creuser la cathode et d'y placer un filament ;
- c) de refroidir l'anticathode.

a) Aux pièces polaires étaient soudées deux cuvettes circulaires de laiton L_1 et L_2 (fig. 12). Dans ces cuvettes était mastiqué un tube de verre de 75 mm. de diamètre et de 75 mm. de hauteur, muni d'une tubulure à T de 3 cm. de diamètre. Cette tubulure était reliée par un tube métallique souple à une pompe Hollweck placée derrière l'appareil.

Un trou de 4 mm. de diamètre, percé dans le tube de verre en regard de l'anticathode, servait de fenêtre pour le passage des rayons. Cette fenêtre était fermée par une feuille d'alu-

minium de 0 mm. 01 d'épaisseur, mastiquée sur le tube. La feuille et le masticage doivent être de dimensions réduites,

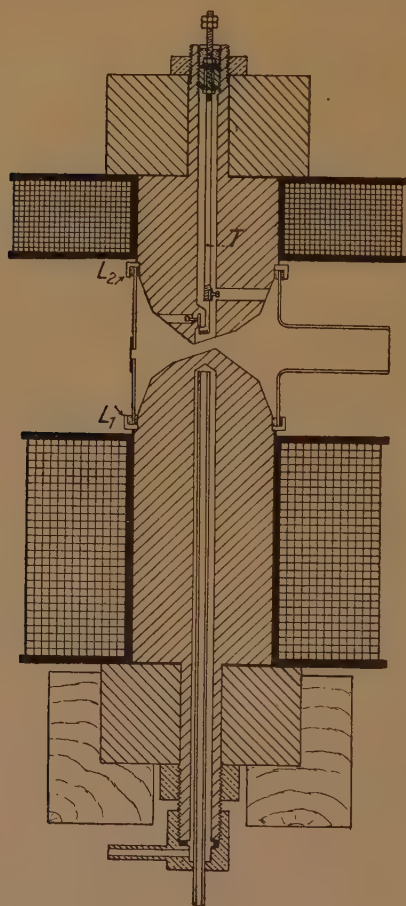


Fig. 12.

car c'est autour de la fenêtre que se produisent les premières effluves.

Le volume à vider étant très réduit (200 cm^3), la pompe Hollweck y assurait facilement un vide suffisant pour éviter

tout crachement, même lors de la première mise en route du tube.

b) La pièce polaire servant de cathode est creusée d'un évidement de forme allongée ($1,5 \times 0,6$ cm., sur 1 cm. de profondeur) destiné à loger le filament.

Le courant est amené par une tige de fer T de 4 mm. de diamètre, logée dans un canal de 1 cm. de diamètre, qui traverse la cathode jusqu'à environ 2 cm. 5 de la surface polaire. Un trou plus petit et désaxé met ce trou en communication avec l'évidement qui contient le filament, et permet le passage de celui-ci. Cette disposition a été choisie pour permettre d'enlever le minimum de métal au voisinage du pôle, et pour permettre aux lignes de force magnétiques de se concentrer au voisinage de la tache cathodique.

La figure 12 montre comment étaient réalisés l'isolement de la tige de fer centrale, et l'étanchéité de la cathode.

Le filament, alimenté en courant alternatif, et placé dans un champ magnétique assez considérable, doit être, malgré sa forme spiralée, soumis à d'assez fortes vibrations. Il est cependant resté allumé plus de 50 heures dans le champ magnétique sans se briser.

c) Le refroidissement de l'anticathode est facile à réaliser. L'eau arrive dans un trou de 10 mm. de diamètre, qui s'arrête à 1 cm. de la surface de l'anticathode. Les conditions de refroidissement sont donc exactement les mêmes que dans l'appareil précédent.

c) *Expériences.* — Les expériences étaient effectuées dans les mêmes conditions de tension et d'intensité que les précédentes, effectuées avec le tube Beaudouin. Les poses étaient de six heures.

Un courant de 20 ampères dans le bobinage de l'appareil échauffait les mastiquages, de sorte que je fus obligé de réduire le courant à 14 ampères, ce qui correspond à un champ de 15500 gauss dans l'entrefer, et aux trois quarts de la saturation pour l'anticathode.

Il était encore nécessaire, malgré une ventilation de l'appareil par un très fort courant d'air, de fractionner les poses en périodes de 1 heure, séparées par une heure de refroidissement.

La tache cathodique avait les mêmes dimensions que dans les précédentes expériences. On peut donc estimer que la température de l'anticathode était ici encore inférieure à 100° C.

Cinq clichés furent pris avec le même spectrographe à cristal tournant. Deux avec une anticathode portant une aimantation nord, deux avec une anticathode sud, un avec un cliché nord, un cliché sud.

Ces clichés furent étudiés de la même façon que précédemment, et avec la même précision : l'énergie des niveaux $M_{2,3}$ et $M_{4,5}$ reste constante même dans des champs de 15 000 gauss, correspondant aux trois quarts de la saturation du fer, et ce, avec une précision de $1/400^{\circ}$ et de $1/20^{\circ}$ respectivement.

TROISIÈME PARTIE

Etude du rayonnement X du fer au-dessus du point de Curie et au-dessus du point γ .

Dans une troisième série d'expériences, j'ai recherché si la transformation allotropique du fer, qui a lieu au-dessus de 900° , s'accompagnait d'une modification des niveaux extérieurs capable d'influencer le rayonnement du métal, soit dans sa longueur d'onde, soit dans la forme des raies.

Cette étude est assez facile : il suffit d'utiliser un tube à rayons X à anticathode de fer, et de porter celle-ci à la température voulue à l'aide du bombardement électronique, qui servira en même temps à produire le rayonnement X.

L'appareil employé est représenté figure 13. Il se compose d'un ballon B en pyrex, portant trois tubulures T_1 , T_2 , T_3 . Les tubulures T_1 et T_2 , destinées à porter les électrodes sont assez longues pour permettre un refroidissement facile des mastiquages.

L'anticathode est refroidie par une double circulation d'eau, qui permet de tenir le mastiquage à la température de la salle, tout en laissant l'anticathode s'échauffer à la température voulue. Une fois obtenu le cliché désiré, il suffit de rétablir la circulation d'eau dans l'anticathode pour obtenir un cliché de comparaison, sans avoir à toucher ni le tube, ni le spectrographe.

La cathode est terminée par une tête munie d'ailettes. Celles-ci doivent être refroidies par un léger courant d'air, pour éviter un échauffement lent, mais suffisant pour ramollir le mastiquage.

Le tube T_3 menant à la pompe à diffusion porte une fenê-

tre, fermée par une glace plane, qui permet de mesurer la température de l'anticathode à l'aide d'un pyromètre.

Enfin, une fenêtre f , fermée par une feuille d'aluminium de 0 mm. 01, et refroidie également par un courant d'eau, permet la sortie des rayons X.

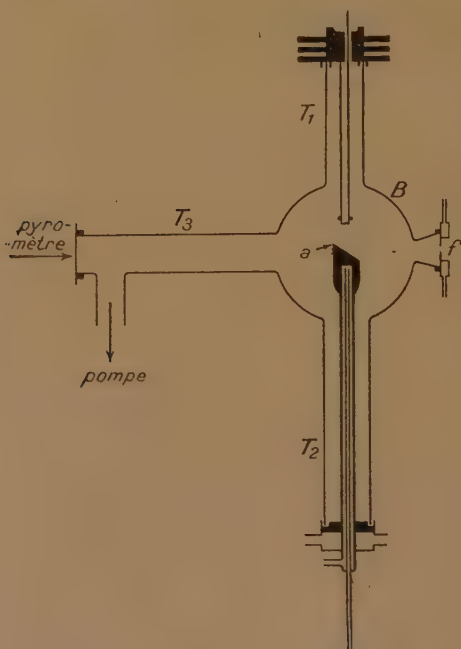


Fig. 13.

L'appareil est relié à une pompe à double diffusion, reliée elle-même à un réservoir à vide.

Calcul des dimensions de l'anticathode. — Je disposais d'un poste de haute tension capable de débiter 500 watts. Il fallait établir une anticathode qu'une telle puissance puisse porter à une température d'au moins 1 000° C.

L'anticathode utilisée avait la forme indiquée (fig. 13). Elle se composait d'une tête demi-ovoïde, d'une hauteur de

3 cm., d'un diamètre maximum de 24 mm., portée par une tige de 24 cm. de long, de 16 mm. de diamètre. Elle était forée intérieurement d'un trou de 10 mm. de diamètre, pour le refroidissement de la surface cathodique lors de la prise du cliché de comparaison.

Un calcul approché montre qu'une telle anticathode sera portée à plus de 1 000° par un bombardement de 500 watts : la chaleur transmise par conduction le long de la tige de support est $Q_1 = \kappa S_1 \frac{dT}{dl}$ où κ est la conductibilité calorifique du fer ($\kappa = 0,2$), S_1 la section de la tige ($S_1 = 1 \text{ cm}^2 22$) et $\frac{dT}{dl}$ le gradient de la température.

Si l'on suppose que la tête d'anticathode est à une température à peu près uniforme, et est seule à rayonner, la chaleur rayonnée sera $Q_2 = S\epsilon\sigma T^4$ où S est la surface de l'anticathode (25 cm^2), $\sigma = 5,7 \times 10^{-12}$ et où ϵ représente le pouvoir émissif total du fer. Cette quantité, mal déterminée, oscille pour les métaux polis, vers la température de 1 300° K., autour de 0,2. L'anticathode n'étant pas parfaitement polie, on peut admettre ici pour ϵ la valeur 0,3.

Le tableau suivant donne les valeurs de Q_1 et de Q_2 (en calories) et de l'énergie $W = 3(Q_1 + Q_2)$, pour les températures de 775° C. (point de Curie), 900° C. (point γ) et 1 000° C.

	775°	900°	1000°
Q_1	7,75	9	10
Q_2	11,2	19,2	32,8
W (watts)	79	119	180

Une énergie de 200 watts serait donc suffisante pour porter la température au-dessus de 1 000° C.

Mesure de la température de la surface de l'anticathode.

— Il serait très difficile d'utiliser un dispositif thermo-électrique, et l'on est obligé d'estimer cette température à l'aide d'un pyromètre. J'ai utilisé un pyromètre à rayonnement visible de Wanner, construit par la maison Cambridge.

L'évaluation de la température de l'anticathode se heurte à deux sortes de difficultés :

1° Le pouvoir émissif du fer, dans le spectre visible, est d'environ 0,4. Il faut donc ajouter aux indications du pyromètre un terme correctif A, variable avec la température, soit, pour les températures centigrades suivantes :

700°	800°	900°	1 000°
A = 40°	50°	60°	70°

2° Le pyromètre ne peut, dans le dispositif adopté, viser la surface émettrice.

Je visais le point marqué α sur l'anticathode, à travers une lame de verre mastiquée à l'extrémité du tube T₃, pour éviter que le verre à travers lequel se fait la visée ne soit obscurci en cours de fonctionnement.

Pour rendre la température de la tête d'anticathode aussi uniforme que possible, le filament émetteur d'électrons était employé sans cupule régulatrice du champ électrique. L'anticathode recevait alors des électrons, non seulement sur sa face plane terminale, mais aussi sur toute sa surface latérale, ce qu'il était facile d'observer avec une chambre noire munie d'un écran fluorescent.

Il est difficile d'estimer l'erreur commise en ne visant pas directement la surface émettrice.

Si l'on suppose que l'anticathode ne reçoit de rayonnement que sur la face terminale, un calcul approximatif indique une différence d'environ 20° entre la température de la surface émettrice et celle du point α visé. D'autre part, si le calcul indique, entre le haut et le bas de la tête d'anticathode une différence de température d'environ 100°, la différence

de température observée est seulement d'une trentaine de degrés : l'erreur commise en visant le point α est donc négligeable auprès des erreurs commises dans l'évaluation de la température par la méthode pyrométrique employée.

3° Il est impossible d'effectuer une mesure pyrométrique pendant la marche du tube. L'anticathode est alors le siège d'une luminescence due au bombardement cathodique, qui fausserait le résultat. D'autre part, l'image du filament, réfléchi sur les parois du ballon augmente encore l'éclairement de l'anticathode. Il faut donc arrêter le fonctionnement du tube, et faire la mesure le plus vite possible. La mesure prenait environ 5 secondes. La courbe de refroidissement de l'anticathode montre que la température de celle-ci s'est abaissée d'environ 10 degrés pendant ce temps.

Pour tenir compte de toutes ces causes d'erreur, j'ajoutais à la température lue au pyromètre, une correction, que j'estimais aux valeurs suivantes :

Températures centigrades	700°	800°	900°	1000°
Corrections de refroidissement et d'inégalité de température	10°	10°	15°	20°
Correction de pouvoir émissif	40°	50°	60°	70°
Total	50°	60°	75°	90°

Etant données les erreurs dues au pyromètre lui-même, et aux incertitudes des corrections, j'estimais la température de la surface émettrice connue à 30 degrés près en plus ou en moins. La courbe (fig. 14) montre la température atteinte en fonction de la puissance dépensée dans le tube.

Afin d'être sûr d'effectuer mes expériences à des températures supérieures au point γ (900°) et, pour les recherches sur l'influence du point de Curie, à des températures situées entre le point de Curie et le point γ , je pris une série de cli-

chés aux températures suivantes (températures corrigées) :

800° 850° 900° 950° 1 000°.

L'erreur commise sur l'évaluation des températures étant une erreur systématique, de grandeur à peu près constante, j'étais certain d'obtenir ainsi deux clichés pour des températures situées entre le point de Curie et le point γ , et deux clichés pour des températures supérieures à celle du point γ .

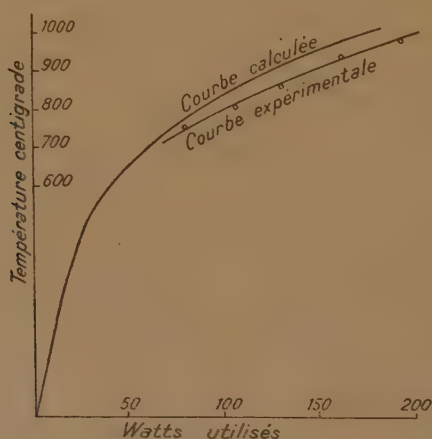


Fig. 14.

Expériences. — La surface émettrice étant de grandes dimensions, j'opérais avec le spectrographe Cauchois décrit plus haut. Les raies étudiées, et les raies de comparaison prises avec une anticathode refroidie, étaient superposées grâce à un système de caches constitués par des lames métalliques placées devant le film, et supportées par des cales.

La distance du cristal à l'anticathode étant assez grande, et la surface utile du cristal assez réduite, les poses étaient longues (3 heures).

Les clichés étaient étudiés à la machine à diviser et au

microphotomètre. Aucune différence n'a été observable entre les clichés à haute température et les clichés de comparaison, tant pour la raie K_{P1}^2 , que pour la raie K_{P5}^2 . La précision des mesures est ici environ 1,5 fois plus faible que celle des mesures effectuées avec le spectrographe à cristal tournant, étant donné le moindre pouvoir séparateur du mica.

QUATRIÈME PARTIE

Etude des rayonnements de fluorescence de quelques composés du chrome, du manganèse et du fer.

L'émission de rayons X par bombardement cathodique ne permet pas de connaître avec précision les conditions dans lesquelles se trouve l'atome émetteur. Dans toutes les recherches où ces conditions doivent être bien définies, il est préférable d'opérer par fluorescence.

La spectroscopie des rayonnements de fluorescence est rendue difficile par le peu d'intensité du rayonnement émis. Cependant, plusieurs auteurs, entre autres Coster et Druyvesteyn ⁽¹⁾, Alexander et Fæssler ⁽²⁾, Yoshida ⁽³⁾ ont effectué des recherches sur les rayonnements de fluorescence, en utilisant un spectrographe à vide de Siegbahn, en communication directe avec le tube générateur.

La découverte, par Mlle Cauchois, du spectrographe à cristal courbé, dont j'ai décrit plus haut un type réalisé pour mes recherches, a rendu beaucoup plus facile l'étude des sources de grande étendue et de faible éclat, telles que les sources fluorescentes. Mlle Cauchois et M. Hulubei employèrent ce spectrographe à l'étude d'un rayonnement dur, diffusé par divers radiateurs, entre autre la paraffine. Il était intéressant d'essayer ce spectrographe, pour l'étude des rayonnement d'environ $2 \text{ \AA}$, entre autre pour l'étude du

(1) COSTER et DRUYVESTEYN, *Z. Phys.*, **40** (1926), p. 765.

(2) ALEXANDER et FÆSSLER, *Z. Phys.*, **68** (1931), p. 260.

(3) S. YOSHIDA, *Tokyo Sc. Pap.*, **20** (1933), p. 228.

rayonnement de fluorescence émis par les métaux situés entre le chrome et le cuivre, à l'état de liaison chimique.

J'ai décrit plus haut les résultats obtenus dans l'étude du rayonnement direct de ces métaux.

Le cristal du spectrographe à mica courbé absorbe assez fortement les rayonnements d'environ $2 \text{ \AA}$ de longueur d'onde. On pourrait songer à opérer en utilisant une large surface fluorescente, placée à l'extérieur du tube à rayons X

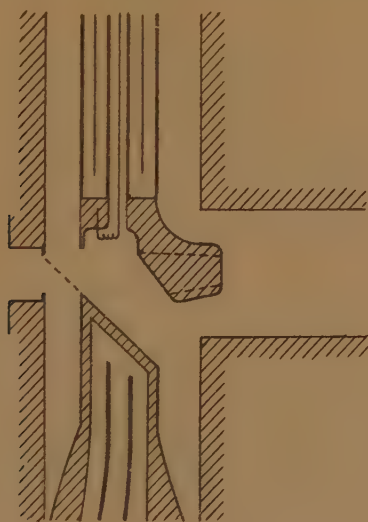


Fig. 15.

émetteur. Ceci demande l'emploi d'un tube à rayons X très puissant. J'ai préféré utiliser une cathode à fluorescence du type décrit par Coster et Druyvesteyn ⁽¹⁾, que j'avais fait construire (fig. 15).

Cette cathode est destinée à fonctionner sur le tube Beaudouin. L'anticathode, disposée de façon à ne laisser sortir du tube aucun rayonnement direct, était en argent. Le

(¹) COSTER et DRUYVESTEYN, *loc. cit.*

choix de ce métal, fait avant les travaux de Hevesy, Böhm et Faessler ⁽¹⁾, n'est pas très heureux. Une anticathode de cuivre aurait donné un rayonnement de fluorescence plus intense.

La cathode a été dessinée pour utiliser au mieux l'espace disponible. Elle a le double inconvénient d'éloigner la surface fluorescente de la fenêtre du tube, et de ne permettre l'emploi que d'une surface fluorescente de petite dimension (8 mm. de diamètre). Cette cathode était refroidie par une circulation d'eau. Etant donné le peu de chaleur à évacuer, cette circulation s'effectuait en circuit fermé : l'eau était obligée, par une trompe à air comprimé, à circuler entre l'anticathode et un récipient isolé d'une quinzaine de litres. Un tel dispositif a l'avantage d'être simple et de n'amener aucune fuite électrique.

Les poses étaient très longues : elles dépendaient de la concentration atomique de l'élément dans le composé étudié. L'appareil fonctionnant sous 35 000 volts, 15 milliampères, les temps de pose étaient en général d'une dizaine d'heures.

Je n'ai pu prendre qu'un nombre très restreint de clichés. Je ne puis tenir compte que de trois clichés, relatifs, l'un aux raies du bichromate de potassium, l'autre au bioxyde de manganèse, le troisième à l'oxyde de fer Fe_2O_3 . J'utilisai dans chaque cas des pastilles taillées à la meule, dans un cristal soit artificiel, comme pour MnO_4K , soit naturel, comme pour MnO_2 et Fe_2O_3 .

Malgré plusieurs tentatives, je ne pus obtenir qu'un cliché relatif à chacun de ces composés, ce qui m'oblige à n'indiquer les résultats obtenus qu'avec de grandes réserves.

Tous ces composés ont été étudiés, par la méthode de fluorescence, et avec un spectrographe à vide, par S. Yoshida ⁽²⁾. Les clichés obtenus étaient alors microphoto-

⁽¹⁾ HEVESY, BÖHM et FAESSLER, *Zts. f. Phys.*, **63** (1930), p. 82.

⁽²⁾ S. YOSHIDA, *loc. cit.*

graphiés, avec un grandissement de 27 fois. Les microphotographies publiées dans son mémoire semblent présenter un assez fort grain de plaque, et un fond continu assez considérable, qui ont pu lui cacher les détails visibles sur mes clichés.

Les clichés que j'obtins furent étudiés avec un microphotomètre de Moll, avec un grandissement de 100. Ils ne

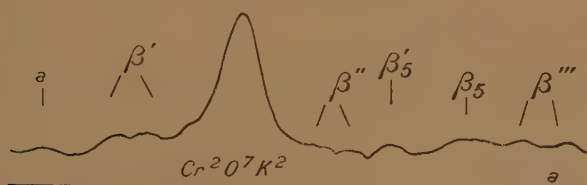


Fig. 16 a.

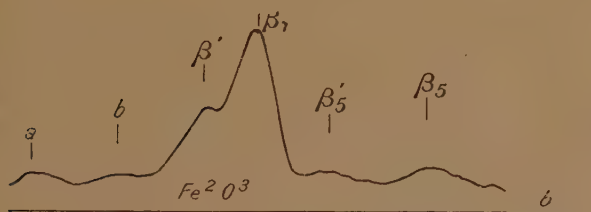


Fig. 16 b.

présentent presque aucun « grain de plaque », mais possèdent encore un fond continu assez fort.

Les microphotogrammes obtenus dénotent une décomposition des raies, sous l'influence d'une liaison chimique, beaucoup plus générale que ne l'indique S. Yoshida.

Bichromate de potassium. — Le spectre obtenu avec ce composé (fig. 16 a) présente une série de quatre doublets. L'un, provenant du dédoublement de β_5 , a été indiqué par S. Yoshida. La raie nouvelle, β_5' a la même longueur d'onde que celle indiquée par cet auteur (2071,3).

Les autres doublets, beaucoup moins marqués (leur

intensité est environ le tiers de celle de β_5) semblent provenir du dédoublement des raies β' , β'' et β''' . Le tableau suivant résume les résultats obtenus.

	Longueur d'onde normale	Longueurs d'onde mesurées sur le cliché de bichromate	Différences entre les composantes des doublets en U. X.
β'	2085,7	2086,2 2088,4	+ 2,2
β''	2073,0	2073,8 2075,9	+ 2,1
β_5	2066,7	2066,7 2071,3	+ 4,6
β'''	2061,7	2060 2062,7	2,7

Les doublets correspondant à β' , β'' et β''' présentent un écart moitié du doublet correspondant à β_5 . D'autre part, les doublets correspondant à β' , β'' et β_5 présentent une composante non déplacée. Dans le doublet correspondant à β''' , les deux raies sont déplacées.

Bioxyde de manganèse MnO^2 . — La raie $\text{K}\beta_5$, qui n'avait pas été observée par S. Yoshida, se résoud en un doublet, dont l'une des composantes est la raie $\text{K}\beta_5$ non modifiée ($\lambda = 1892,6$), et dont l'autre a pour longueur d'onde $\lambda = 1896,5$. Le cliché, qui ne présente pas le même aspect sur toute sa hauteur, est assez incertain.

Oxyde ferrique Fe^2O^3 . — La raie $\text{K}\beta_5$ est également séparée en un doublet, comprenant une composante de longueur d'onde non modifiée ($\lambda = 1741,4$) et une composante de longueur d'onde 1747,5. Dans ce cliché, la raie $\text{K}\beta'$ est très nettement séparée de la raie $\text{K}\beta_4$. L'écart entre $\text{K}\beta$ et $\text{K}\beta'$ est moins grand que celui observé par S. Yoshida : 2,6 U. X. au lieu de 3,8. La longueur d'onde observée,

$\lambda = 1\,755,6$ est même plus courte que celle indiquée par la plupart des auteurs ($\lambda = 1\,756,4$) dans le cas du fer pur. La séparation des deux raies paraît venir, plutôt d'une diminution relative d'intensité de la raie $K\beta_1$ que d'un écart anormal entre ces deux raies.

Enfin, je cite pour mémoire un cliché obtenu à l'aide d'une spinelle, $\text{Cr}^2\text{O}^3\text{FeO}$. La raie $K\beta_5$ y est remplacée par un très fort quadruplet ; mais il est probable que ce sont des raies L d'impuretés, bien qu'il m'ait été impossible de les identifier.

Il serait téméraire de tirer des conclusions théoriques de ces expériences fragmentaires, qui demandent à être refaites avec soin. Il apparaît cependant que les belles expériences de S. Yoshida auraient besoin d'être complétées par une étude des raies faibles de la série K, lorsque l'élément est entré en combinaison. La présence d'un grand nombre de dédoublements semblables, dans le cas du permanganate, dédoublements qui semblent se retrouver dans le cas du bioxyde de manganèse, permettrait de classer ces raies, dont l'origine est encore très discutée.

CONCLUSION

Les expériences que je viens de décrire ont établi que les niveaux externes du fer ne sont modifiés, ni par l'aimantation, ni par le passage au point de Curie, ni par le changement d'état qui survient vers 900° . La précision obtenue a été d'environ $1/400^{\circ}$ pour le niveau $M_{2,3}$ et $1/20^{\circ}$ pour le niveau $M_{4,5}$, la constance de la longueur d'onde des raies β_2 et β_5 correspondant à ces niveaux ayant été vérifiée à 0,03 et 0,06 U. X. respectivement.

Pour réaliser ces expériences, j'ai dû établir une technique permettant de former simultanément des champs électriques et magnétiques de forte intensité ; j'ai indiqué une technique permettant d'étudier le rayonnement d'une anticathode portée à une température connue, d'environ 1.000° .

Au cours de l'étude expérimentale que j'ai dû faire des divers types de spectrographes à rayons X en usage, j'ai trouvé un certain nombre de raies nouvelles, dans le spectre K des métaux allant du chrome au cuivre. J'ai pu montrer les possibilités d'emploi du spectrographe de Mlle Y. Cauchois, dans l'étude du rayonnement de fluorescence des composés des mêmes métaux ; ce spectrographe permet l'étude des dédoublements des raies faibles sous l'influence des liaisons chimiques, et j'ai indiqué quelques dédoublements que j'ai moi-même observés.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique de l'Ecole Normale Supérieure. Je suis heureux de remercier ici M. Abraham, directeur du laboratoire, qui m'a toujours accordé les crédits nécessaires à mes recherches. Je tiens à

exprimer toute ma reconnaissance à M. Francis Perrin, qui a bien voulu s'intéresser à mon travail, et qui, par ses encouragements et ses précieux conseils, m'a permis de le mener à bonne fin. Je remercie enfin M. Marcel Mathieu, qui a bien voulu m'offrir de terminer dans son laboratoire de la Sorbonne, la deuxième partie de ces expériences, et qui m'a donné beaucoup de son temps.

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Polarisation des Rayons X.

VU ET APPROUVÉ :

Paris, le 28 juin 1935.

Le Doyen de la Faculté des Sciences,
CH. MAURAIN.

VU ET PERMIS D'IMPRIMER :

Le Recteur de l'Académie de Paris,
S. CHARLETY.

